

PRODUCTION OF FOAM FOR CMP PAD

Patent Number: JP9132661
Publication date: 1997-05-20
Inventor(s): YAMADA MITSUO;; OIKAWA SHUNJI;; MIKAMI YOSHIKATSU
Applicant(s): HITACHI CHEM CO LTD
Requested Patent: ☐ JP9132661
Application Number: JP19950289442 19951108
Priority Number(s):
IPC Classification: C08J9/06
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a foam used for a CMP pad and having excellent water resistance and consequent durability by forming a mixture comprising a crosslinking agent, a heat-decomposable blowing agent and a polyolefin resin containing an abrasive into a sheet and crosslinking and foaming this sheet.

SOLUTION: A crosslinking agent, a crosslinking aid (A), a heatdecomposable blowing agent (B), an abrasive (C) and a polyolefin resin (D) are melt-kneaded at the decomposition temperature of component B or below, and the resultant mixture is formed into a sheet. This sheet is crosslinked and foamed to form a foam for a CMP(chemical-mechanical polishing) pad. Examples of component D include polypropylene and polyethylene. An example of component A is tbutylcumyl peroxide. An example of component B is an organic type such as azodicarbonamide or an inorganic type such as sodium carbonate/citric acid mixture. The composition of a combination of component A with component B is desirably such that cell diameters of several tens μ m or below can be realized. Component C used is desirably a finely divided silicon oxide abrasive. This foam has excellent water resistance as compared with a conventional urethane foam, so that it can give a CMP pad having durability.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-132661

(43) 公開日 平成9年(1997)5月20日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 8 J 9/06

// C 0 8 L 23:02

識別記号

C E S

庁内整理番号

F I

C 0 8 J 9/06

技術表示箇所

C E S

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平7-289442

(22) 出願日 平成7年(1995)11月8日

(71) 出願人 000004455

日立化成工業株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

(72) 発明者 山田 三男

茨城県下館市大字小川1500番地 日立化成工業株式会社下館研究所内

(72) 発明者 及川 俊司

東京都新宿区西新宿二丁目1番1号 日立化成工業株式会社内

(72) 発明者 三上 喜勝

東京都新宿区西新宿二丁目1番1号 日立化成工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 若林 邦彦

(54) 【発明の名称】 CMPパッド用発泡体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 耐水性、耐久性に優れたCMPパッドを提供すること

【解決手段】 架橋剤及び、または架橋助剤、熱分解型発泡剤、研磨材を含むポリオレフィン系樹脂組成物をシート状に成形し、該シート状成形物を架橋、発泡して得るCMP (Chemical Mechanical Polishing) パッド用発泡体を製造する

【特許請求の範囲】

【請求項1】 架橋剤及び、または架橋助剤、熱分解型発泡剤、研磨材を含むポリオレフィン系樹脂組成物をシート状に成形し、該シート状成形物を架橋、発泡して得るCMP（Chemical Mechanical Polishing）パッド用発泡体の製造方法。

【請求項2】 ポリオレフィン系樹脂が、ポリプロピレン、ポリエチレンであることを特徴とする請求項1記載のCMPパッド用発泡体の製造方法。

【請求項3】 研磨材料が、シリカであることを特徴とする請求項1記載のCMPパッド用発泡体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、CMPパッド用発泡体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 CMPパッドは、従来、数十 μ m径の中空部が研成された発泡ポリウレタンが用いられている（月刊SemiconductorWorld1995、5月号、P37）。しかし、ポリウレタンは、一般的には、耐水性に劣るためパッドの耐久性に問題がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、上記の欠点を改良し耐久性に優れたCMPパッドを提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 かくして、本発明によれば、架橋剤及び、または架橋助剤、熱分解型発泡剤、研磨材を含むポリオレフィン系樹脂組成物をシート状に成形し、該シート状成形物を架橋、発泡して得られるCMPパッド用発泡体が提供される。

【0005】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明で用いるポリオレフィン系樹脂は、ポリプロピレン、ポリエチレン等の樹脂が用いられる。ポリプロピレンとしては、ホモポリプロピレン、プロピレン-エチレンブロック共重合体、プロピレン-エチレンランダム共重合体、リアクターポリオレフィン系熱可塑性エストラマー（P、E、R）〔ポリプロピレン成分5～45重量%、エチレン/プロピレン共重合成分95～55重量%〕からなる1等のポリプロピレンが用いられる。また、ポリエチレンとしては、低密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン、中密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン等のポリエチレンが用いられ、さらにエチレンと α オレフィンとの共重合体やエチレンと他のモノマー、例えば酢酸ビニル、エチルアクリレート等との共重合体も用いることができる。本発明において、これらの樹脂は、単独もしくは、混合物として用いることができる。

【0006】 本発明におけるこれらのポリオレフィン樹脂には、架橋剤及び、または架橋助剤、発泡剤、研磨

材、および必要に応じ他の各種添加剤を加えることができる。

【0007】 本発明に用いる架橋剤としては、例えば、1-ブチルクロルパーオキサイド、2,5ジメチル-2,5ジ(1-ブチルパーオキシ)ヘキサン、2,5ジメチル-2,5ジ(1-ブチルパーオキシ)ヘキシン-3等を用いることができ、添加割合は、樹脂成分の合計量に対して、0.2～5重量部である。この割合が、0.2重量部未満であると架橋が不十分で均一発泡体を得られず、5重量部を越えると架橋密度が上がり過ぎ、発泡体に耳割れ、気泡粗大等が起こり、良好な発泡体を得られない。

【0008】 架橋助剤としては、キノンジオキシム、トリアリルトリメリート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、エチレングリコールメタクリレート等を挙げることができる。これらの架橋助剤の添加割合は、所望の架橋度合い等に応じて適宜定めることができるが、樹脂成分の合計量100重量部に対して、通常0.2～5重量部の範囲が好ましい。

【0009】 本発明で使用する熱分解型発泡剤とは、加熱時に分解して気体を発生する化合物で、例えば、アゾジカルボンアミド、ベンゼンスルホンヒドラジド、ジニトロソペンタメチレンテトラミン、トルエンスホンヒドラジド等の有機系化合物や、炭酸ソーダ、クエン酸混合系等の無機化合物が用いられる。これらの発泡剤の中でも特に発泡体が、数十 μ m以下気泡径を与える発泡剤が好ましい。該熱分解型発泡剤の添加量は、所望の発泡倍率に応じて適宜定めることができるが、樹脂成分の合計量100重量部に対して、2～50重量部、好ましくは5～40重量部の範囲内で使用される。

【0010】 本発明で使用する研磨材としては、研磨対象であるプラズマCVD-SiO₂膜、CVD-TEOS（テトラエトキシシラン）膜、SOG（スピンオンガラス）膜等の薄膜層（月刊SemiconductorWorld1995、2月号、P76参照）を目的の程度に応じて研磨できれば、特に制限するものではないが、微粒子からなる研磨材、例えば数 μ m～数十 μ mの大きさからなる酸化ケイ素を主体とした研磨材等を用いることができる。該研磨材の樹脂100重量部に対する添加量は特に限定しないが、一般的には、5～100重量部で、好ましくは10～80重量部である。

【0011】 本発明においては、必要に応じて各種添加剤、例えば、酸化防止剤、紫外線吸収剤、重合調整剤、整泡剤、帯電防止剤、顔料、充填材等を加えることができる。

【0012】 以上の材料の混合法としては、ポリオレフィン系樹脂、架橋剤及び、または架橋助剤、発泡剤、研磨材、及び所望の各種添加剤を、架橋剤の分解温度または発泡剤の分解温度未満で、パンバリーミキサー、ロー

ル、押出機（単軸、多軸）等を用いて熔融混練し、最終的にはプレス、ダイス等を介してシート状に成形される。

【0013】なお、得られた架橋発泡体のゲル分率は、20～80%となるように架橋剤、架橋助剤等の添加剤量を調整することが好ましい。ゲル分率が過小であると耐熱性を得ることができず、逆に過大であると伸び率が低下し耳割れ、フクレ等の外観不良が生じ好ましくない。また、本発明においては、電子線等の放射線を用いて架橋ポリオレフィン系樹脂の架橋を行うことができ、この場合、上記の架橋助剤を用いることができる。電子線の照射量は、樹脂架橋部のゲル率が、20～80%となれば、特に限定しないが、一般的には1～20Mrad照射され、好ましくは2～10Mrad照射される。

【0014】本発明による発泡体は、架橋剤及びまたは架橋助剤、熱分解型発泡剤を含むポリオレフィン系樹脂組成物を、架橋、発泡して得られるポリオレフィン系樹脂発泡体からなり、耐水性に優れ、ひいては耐久性のあるCMP発泡体を提供することができる。

【0015】

スクリー：圧縮比：3.0 L/D：2.6
スクリー回転数：45rpm
シリンダー温度：C1/C2/C3/C4：150/155/155/155℃
アダプター温度：AD：155℃
ダイス温度：D：155℃

次に、該方法によって得られたシート2Mradの電子線照射に供した後、230℃のオープンに入れ加熱した結果、発泡倍率約10倍で、フクレ等がない外観良好な発泡体を得た。

【0017】実施例2

エチレン成分が7重量%、マルチフローレート（MER：230℃）が3g/10分、融点が138℃のエチレン-プロピレンランダム共重合体が80重量部と、低密度ポリエチレン-高密度ポリエチレンの混合重量比が70/30のポリエチレン30重量部からなるポリオレフィン系樹脂に、発泡剤としてアゾジカルボンアミドを

スクリー：圧縮比：3.0 L/D：2.6
スクリー回転数：45rpm
シリンダー温度：C1/C2/C3/C4：145/150/150/150℃
アダプター温度：AD：150℃
ダイス温度：D：150℃

次に、該方法によって得られたシート2Mradの電子線照射に供した後、230℃のオープンに入れ加熱した結果、発泡倍率約10倍で、フクレ等がない外観良好な発泡体を得た。

【0018】

【実施例】以下、本発明について、実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0016】実施例1

エチレン成分が7重量%、マルチフローレート（MER：230℃）が3g/10分、融点が138℃のエチレン-プロピレンランダム共重合体が100重量部に、発泡剤としてアゾジカルボンアミドを5重量部、架橋助剤としてトリメチロールプロパントリアクリレート1重量部、酸化防止剤としてイルガノックス1010を0.5重量部、研磨材として粒径5～20μmのAerosil（日本アエロジル社製）20重量部となるように配合し、LCM混練装置を用いて155℃で一括混練した後、外径約6mmのペレットを作製した。因に、押出量は、65kg/hであった。次に、該方法によって得られたペレットを、スクリー径6.5mmの単軸押出機のホッパーに投入し、シートダイを用いて厚み約1mmで樹脂及び発泡剤の分散性が良好なシートを成形した（成形条件は下記の通り）。

7重量部、架橋助剤としてトリメチロールプロパントリアクリレート1重量部、酸化防止剤としてイルガノックス1010を0.5重量部、研磨材として粒径5～20μmのAerosil（日本アエロジル社製）20重量部となるように配合し、LCM混練装置を用いて155℃で一括混練した後、外径約6mmのペレットを作製した。因に、押出量は、70kg/hであった。次に、該方法によって得られたペレットを、スクリー径6.5mmの単軸押出機のホッパーに投入し、シートダイを用いて厚み約0.8mmで樹脂及び発泡剤の分散性が良好なシートを成形した（成形条件は下記の通り）。

【発明の効果】本発明によれば、従来のウレタン発泡体からなるCMPヘッド用発泡体と比較、耐水性に優れ、結果として耐久性に優れるCMPヘッドを提供することができる。

The first part of the report
 describes the general situation
 and the results of the
 investigation.

The second part of the report
 describes the results of the
 investigation.



The third part of the report
 describes the results of the
 investigation.

The fourth part of the report
 describes the results of the
 investigation.

The fifth part of the report
 describes the results of the
 investigation.